102　原　料　米

102-1　試料の採取

A)　袋からの採取

袋数に応じ適当数の袋をランダムに選び各袋を開封し中央部から約 300 g とり、全部混合した後四分法によって約 1 kg とし、共栓ガラスびん、あるいは中フタ付樹脂容器に貯える。

B)　円すい形のたい積物からの採取

底部の円周の 1 点と頂点を結ぶ線に沿って 0.5 m ごとに約 500 g ずつとりこれを一緒にまとめる。もし、たい積が長時間放置されてあった場合及び特に慎重を期するときには、上の他頂点からの垂線に沿って 0.5 m ごとに約 500 g ずつをとり上の試料と合わせる。

まとめた試料はよく混ぜ、四分法によって縮分し 1 kg をとって最終試料とする。

C)　平らなたい積物からの採取

上面に約 0.5～1 m の間隔で縦横の線を画し、その交叉点より底面に垂直にシャベルで穴をあけその層の中央部から 500 g ずつをとってこれを一緒にまとめ均一に混ぜる。

これを四分法縮分して 1 kg をとり、最終試料とする。

(注)　四分法縮分

均一にした試料は円すい形にたい積し、平らに押さえて拡げ、四分し、その一部をとることを繰り返す。

102-2　検体の粉砕

バイブレーティングサンプルミルを用い、容器(アルミナ製)1 個あたり約 10 g の検体を入れ、5 分間処理し、粉砕検体は直ちに小容器のガラスあるいは樹脂容器に入れ、密封する。

102-3　整粒、胴割粒、未熟粒、被害粒、砕粒、死米、異種穀粒、異物の割合

検体約 20～30 g をとり、それぞれの米粒を選別し、全量に対する重量百分率で示す。2 項目以上に重複する場合は下位の部へ入れる。

102-4　心白粒、腹白粒、普通粒の割合

102-3 で選別した整粒を更に選別し、整粒全量に対する重量百分率で示す。

102-5　形　　態

検体 50 粒(整粒)をランダムにとり、長さ、幅、厚さをマイクロメーターにより 1/100 ㎜まで測り、その平均値と標準偏差を記す。

102-6　水　　分

A)　135℃乾燥法

102-6-1　試験操作

粉砕検体約 2 g をあらかじめひょう量したフタ付きひょう量器(直径 50 ㎜、深さ 25 ㎜)に精ひょうし 135℃で 3 時間乾燥する。デシケーター中で放冷後精ひょうし、次式によって水分%を算出する。

水分 %(w/w)＝(a－b)/a×100

ただし、a は乾燥前の検体重量、b は乾燥後の検体重量である。

B)　近赤外分析計法

102-6-2　装置

近赤外分析計及び試料粉砕器(粉砕型近赤外分析計を使用する場合に限る。)

近赤外分光計は以下の機器精度及び機器の安定等が確保されていること。

同一試料の反復測定における再現性は測定値の標準偏差が水分%として±0.1%以内。

未知試料の測定精度は測定値の標準誤差が水分%として±0.3%以内。

電圧変動の影響を受けないこと。

温度、粉塵、振動等への対応又は防護措置がとられていること。

使用者が、検量式の作成及びバイアス又はスロープの調整が可能なこと。

102-6-3　試験操作

検体の粉砕を要する近赤外分析計については、機器に付属の取扱説明書により必要な粒度に粉砕する。

検量式を作成するための試料(以下「作成試料」という。)は、玄米又は白米ごとに、同一年産で品種及び産地が異なるものを含めて選定する。

作成試料点数については、機器ごとの検量式作成に用いる統計の処理に必要な点数とする。

作成試料について、135℃乾燥法による水分含有率を測定するとともに近赤外分析計により吸光度を測定し、以下の項目を基準とする検量式を作成する。

作成試料以外の試料における 135℃乾燥法と近赤外分析法との標準誤差は 0.3%以下。

バイアスは±0.15%以内。

スロープは有意な傾きがないこと。

以後の測定又は異なる米の区分(玄米又は白米)、生産年度について測定する場合は、上記の基準が満たされるよう所定の方法で管理を行う。

測定に当たっては、あらかじめ水分含有率が定められている試料複数点(精度確認用試料)を用いて、日々の測定開始時に測定して、そのときの測定値と規定値の差を検量式のバイアスとして補正する。

補正を行う必要のあるバイアスは±0.15%以上とする。

近赤外分析計が設置してある部屋の温度と試料との温度差を 3℃以内に近づけてから測定する。

測定操作については、当該機種ごとの使用説明書によることとする。

同一検体について複数回の測定を行い、その平均値を小数点以下 1 けたに丸めて当該検体の水分値とする。

102-7　検体水分調整

玄米検体の水分を 102-6 により測定する。

検体 250 g～1 kg を 2 重にした紙袋(重量精ひょう済み)に入れて密封し、全体の重量を精ひょうした後(1)～(3)いずれかの方法で処理し、随時ひょう量して検体水分 13.8%になるように調整し、中フタ付きポリエチレン容器に入れて密封し、10℃で 7 日間貯蔵したものを検体とする。

(1) 検体水分が 13.8%より大きい場合

20～25℃の乾燥した室に袋どうしが重ならないように間隔を取って放置する。

(2) 放置により検体の重量が増加する場合又は水分の減少率が 0.5%/日以下の場合

シリカゲル･真空デシケーター中に放置する。

(3) 検体水分が 13.8%以下で、吸湿させる必要がある場合

デシケーターに 60℃前後の温湯を入れ、凝縮水が検体中に浸透しないように紙、布などで覆ってデシケーター中に放置する。

白米検体の水分調整も同様に行い、13.5%とする。

以下の 102-8～102-18 の分析は、水分調整を行った検体を用いる。102-3～102-5 の分析には、水分調整前後のどちらの検体を用いても良い。

102-8　千　粒　重

102-3 により選別した整粒の粒数を数え次式によって算出する。

千粒重(g) = 整粒 g 数/整粒粒数×1000

(注)　必要がある場合は 102-3 により選別した検体を用い次式によって全粒千粒重を算出する。

全粒千粒重(g) = 砕粒を除いた検体 g 数/砕粒を除いた検体粒数×1000

102-9　精　　米

テストミル(装てんロール＃46、ストレーナーはホール状)を 1000 rpm にあらかじめ回転させておき、玄米検体約 150 g をひょう量して入れ、見かけ精米歩合(玄米重量に対する白米重量百分率)70%を目標に精米する。

出来上がりの精米歩合の許容範囲は、70±1%以内である。

精米後検体をふるいで軽く振ってぬかを除き、中フタ付き樹脂容器に密栓して 10℃前後に最低一週間保存し、分析を 3 週間以内に行う。

なお、続いて精米を行う場合は、精米機のロールのぬかを取り除くとともにストレーナーの目に詰まった砕米も丁寧に取り除く。

102-10　真精米歩合、砕米率、無効精米歩合

102-10-1　真精米歩合

玄米とその玄米を精米して得た白米の千粒重より次式によって真精米歩合を算出する。なお、千粒重の計算には、水分調整後の玄米千粒重を用いる。

$$真精米歩合(\%) = \frac{白米千粒重(g)}{玄米千粒重(g)} \times 100$$

102-10-2　砕米率

102-3 に準じ「整粒重量」（「胴割粒重量」を含む。）を測定し、精白米の「検体採取重量」から「整粒重量」（「胴割粒重量」を含む。）を減じたものを「砕米重量」として、次式によって砕米率を算出する。

$$砕米率(\%) = \frac{検体採取重量(g) - 整粒重量(g)}{検体採取重量(g)} \times 100$$

102-10-3　無効精米歩合

次式によって無効精米歩合を算出する。

無効精米歩合(%) = 真精米歩合(%)−見かけ精米歩合(玄米重量に対する白米重量百分率) (%)

102-11　デンプン価

102-11-1　試薬

25%塩酸

水に濃塩酸 68 mℓを撹拌しながら徐々に加え、100 mℓにフィルアップする。

10%水酸化ナトリウム溶液

メチレン･ブルー溶液

3-9-3 による。

フェーリング溶液

3-9-3 による。

ブドウ糖標準溶液

3-9-3 による。

102-11-2　試験操作

粉砕した検体約 1.2 g を精ひょうし、500 mℓ容フラスコにとり水 200 mℓと 25%塩酸 20 mℓを加え、長さ約 1 m の空気冷却管を付けて密栓し、沸騰水浴につけて 2.5 時間加熱する。この間時々フラスコを振って検体、特にフラスコ壁に付いている検体と液との接触を図る。加熱終了後、冷却して 10%水酸化ナトリウム溶液により pH が 4～5 の微酸性になるよう調整し、500 mℓ容メスフラスコに入れ水を加えて定容に満たした後ろ過し、糖化液とする。

この糖化液について次により還元糖量を求め、デンプン価を算出する。

ブドウ糖標準溶液を用いて 3-9-4 に倣ってフェーリング溶液を滴定し、使用したブドウ糖標準溶液の全量を b mℓとする。

次に、フェーリング溶液 10 mℓを再び三角フラスコにとり、糖化液の適当量(糖量 50

mg 以下を含むようにする)をピペットで加え、前記の操作に倣ってブドウ糖標準溶液を用いて滴定する。その滴定値をa mℓとすれば、還元糖は次式によって求められる。

還元糖(mg/100 mℓ)＝2×(b−a)×100/加えた糖化液(mℓ)

還元糖の値をSとし、次式によってデンプン価を算出する。

デンプン価＝(S×5×0.9)/粉砕検体g数×1/10

(注) 糖化液の還元糖量の測定は 9-9-2 の検体による直接滴定法によっても差し支えない。

102-12 粗タンパク質

A) ケルダール法

102-12-1 試薬

分解用触媒

硫酸カリウム、二酸化チタン及び硫酸銅(重量比 94:3:3)を混ぜ、粗く砕く。

濃硫酸

水酸化ナトリウム飽和溶液

N/50 水酸化ナトリウム溶液

3-5-1 の N/10 水酸化ナトリウム溶液を炭酸を含まない水で正確に 5 倍希釈する。

本試薬の力価Fは 3-5-1 に倣って標定する。

N/50 硫　　酸

濃硫酸 0.6 mℓを水を入れた 1 ℓ容メスフラスコにとり、さらに水を加えて全量を 1 ℓとする。この液 10 mℓをとりブランスウィック指示薬を用いて N/50 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、その mℓ数を a とする。

ブランスウィック指示薬

メチル・レッド 0.2 g 及びメチレン・ブルー0.1 g を 95%(v/v)アルコール 200 mℓに溶解する。

102-12-2 試験操作

粉砕検体を玄米では約 0.5 g、白米では約 1 g 精ひょうして分解びんにとり、濃硫酸 10 mℓ及び分解用触媒約 5 g を加えて、時々沸騰する程度に加熱し、内容が透明になるまで続ける。分解終了後冷却し少量の水で希釈した後、100 mℓ容メスフラスコに移し、更に水を加えて全量を 100 mℓとする。

その 10 mℓを窒素蒸留装置にとる(Parnas-Wagner の装置を使用する)。受器中に N/50 硫酸 10 mℓ及びブランスウィック指示薬 2〜3 滴を入れて冷却管に接続した後、蒸留機中の硫酸分解液に飽和水酸化ナトリウム溶液を加えて強アルカリ性とし、水蒸気蒸留する。

留液が約 40 mℓとなったならば受器を冷却管からはずし、更に数 mℓ留液をとり、冷却管の先端に付着している留液を受器中に洗い込み、N/50 水酸化ナトリウム溶液で緑色になるまで逆滴定する。その滴定値をb mℓとし、検体水分をw %とすれば、粗タンパク質量は次式によって求められる。

粗タンパク質(%/dry) = (a-b)×F×0.28×5.95/検体採取重量(g)×(100/(100 - w))

B) ケルダール(硫酸-過酸化水素)-インドフェノール法

102-12-3 試薬

濃硫酸

30%過酸化水素水

フェノール溶液

フェノール 31.5 g を 2-プロパノール 5 mℓ、アセトン 10 mℓに溶解し、2-プロパノールで 50 mℓにメスアップする。冷暗所に保存し、4～5 日以内に使用する。

27%水酸化ナトリウム溶液

水酸化ナトリウム(特級)27.8 g を水 100 mℓに溶解する。

ナトリウムフェノラート溶液

フェノール溶液 20 mℓに 27%水酸化ナトリウム溶液 20 mℓを加え、100 mℓにメスアップする。冷暗所に保存し、4～5 日以内に使用する。

次亜塩素酸ナトリウム溶液

次亜塩素酸ナトリウム溶液(特級)を有効塩素 1%になるように希釈する。

EDTA 溶液

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム(2 水塩)5 g を水酸化ナトリウム 1 g を含む水約 60 mℓに溶解した後、更に水を加えて全量を 100 mℓとする。

アンモニア標準原液(1 mg/mℓ)

塩化アンモニウム 2.97 g を水に溶かして 1000 mℓとする。

102-12-4 試験操作

粉砕検体約 100 mg を精ひょうして分解びんにとり、濃硫酸 1 mℓを加え 30 分程度なじませる。10 分間 170～180℃で予熱し、冷えた 30%過酸化水素水 0.3 mℓを加え 30 分程度 180～230℃で加熱する。分解液が黒色、褐色、黄色を経て完全に透明(ごくうすい青色)になるまで、過酸化水素の添加と 30 分程度 180～230℃で加熱の操作をくり返す。分解液が完全に透明になってから分解液中の過酸化水素を完全に分解するため、更に 1 時間強熱する。冷却後、水を加えて 50 mℓ容メスフラスコに移し、更に水を加えて全量を 50 mℓとする。

25 mℓ容メスフラスコに 50 mℓにメスアップした分解液のうち 1 mℓをとり、27%水酸化ナトリウム溶液 0.1 mℓを加え pH を調整する。EDTA 溶液を 1 mℓ加えてよく振とうする。続いてナトリウムフェノラート溶液 4 mℓを加えてよく振とうする。続いて次亜塩素酸ソーダ溶液 3 mℓを加え、更に水を加えて全量を 25 mℓとする。20 分以上放置し、625 nm における吸光度を測定し比色定量する。

別に検体の代わりにアンモニア 10 μg/mℓ標準溶液(アンモニア標準原液を水で正確に 100 倍希釈したもの)を 0～5 mℓとり同様に操作し、アンモニア濃度と吸光度との間で検量線を作成する。この検量線を用いて、検体中のアンモニア量(a μg/mℓ)を求める。検体水分を w %とすれば、次式により粗タンパク質含量が求められる。

粗タンパク質(%/dry)=a×(50/1)×(25/1000)×(14.01/18.04)×(5.95/検体採取重量(mg))×100×(100/(100-w))

C) 近赤外分析計法

102-12-5 装置

102-6-2による。ただし、文中の「水分(%)」は「粗タンパク質(%)」とする。

102-12-6 試験操作

検体の粉砕を要する近赤外分析計については、機器に付属の取扱説明書により必要な粒度に粉砕する。

検量式を作成するための試料(以下「作成試料」という。)は、玄米又は白米ごとに、同一年産で品種及び産地が異なるものを含めて選定する。

作成試料点数については、機器ごとの検量式作成に用いる統計の処理に必要な点数とする。

作成試料について、ケルダール法による粗タンパク質含有率を測定するとともに近赤外分析計により吸光度を測定し、以下の項目を基準とする検量式を作成する。

作成試料以外の試料におけるケルダール法と近赤外分析法との標準誤差は0.3%以下。

バイアスは±0.15%以内

スロープは有意な傾きがないこと。

以後の測定又は異なる米の区分(玄米又は白米)、生産年度について測定する場合は、上記の基準が満たされるよう所定の方法で管理を行う。

測定に当たっては、あらかじめ粗タンパク質含有率が定められている試料複数点(精度確認用試料)を用いて、日々の測定開始時に、測定してそのときの測定値と規定値の差を検量式のバイアスとして補正する。

補正を行う必要のあるバイアスは±0.15%以上とする。

近赤外分析計が設置してある部屋の温度と試料との温度差を 3℃以内に近づけてから測定する。

測定操作については、当該機種ごとの使用説明書によることとする。

同一検体について複数回の測定を行い、その平均値を小数点以下 1 けたに丸めて、検体の水分から乾物重量あたりの含有率を求め当該検体の粗タンパク質量とする。

102-13 粗 脂 肪

102-13-1 試薬

エチルエーテル

102-13-2 試験操作

分析前に沸騰石を入れたソックスレー脂肪抽出装置の受器の重量をあらかじめ精ひょうしておく。粉砕検体を玄米では約2g、白米では約10gを円筒ろ紙に精ひょうし、脱脂綿で上部を軽くふたをしてソックスレー脂肪抽出装置に入れ、エチルエーテルを用いて水浴上で16時間以上抽出する。抽出を終ったならば、手早く抽出管を冷却器か

ら取り外し、円筒ろ紙をピンセットで抜き出し、ただちに冷却器を接続して水浴上で加熱する。受器中のエチルエーテルがほとんど全部抽出管に移ったとき、受器を取り外して水浴上に置き、受器中に空気を吹き込んで残留エーテルを蒸発させる。受器の外側をガーゼでふいて清浄にし、98～100℃の乾燥器中で恒量になるまで乾燥し、デシケータ中に放冷した後精ひょうし、その残留物の重量をａｇとすれば、粗脂肪量は次式によって求められる。

粗脂肪(%) = a/検体採取重量(g)×100

（注）1　円筒ろ紙、脱脂綿はあらかじめエチルエーテルで十分に脱脂し乾燥したものを使用する。

2　残留物の乾燥が長時間高温にすぎるときは脂肪が酸化して重量が増加するから注意を要する。

3　残留物の重量は、脂質を抽出し、乾燥した後の受器の重量から、分析前にあらかじめ測定しておいた沸騰石を入れた受器の重量を差し引くことにより求める。

102-14　灰　　分

粉砕検体を玄米では約 2 g、白米では約 5 g を磁製るつぼに精ひょうし、550～600℃で灰化し、その残量をａｇとすると、灰分量は次式によって求められる。

灰分(%) = a/検体採取重量(g)×100

102-15　カリウム

102-15-1　試薬

1 N塩酸

水に濃塩酸 8.8 mℓ を撹拌しながら徐々に加え、100 mℓ にフィルアップする。

カリウム標準溶液

塩化カリウム(特級)を 500～600℃で 40～60 分間加熱し、デシケーター中で放冷後、その 1.907 g を水に溶かして 1 ℓ にし、樹脂びんに保存する。本液 1 mℓ は K^+を 1 mg 含む。本試薬を必要に応じて希釈し、カリウム 0～8 mg/ℓ を含む標準溶液を作成する。

102-15-2　試験操作

粉砕検体を玄米では 0.1 g、白米では 0.5 g を精ひょうし、1 N塩酸 50 mℓ を加えて 12 時間以上放置後、ろ紙を用いてろ過する。

最初の 10 mℓ を捨て、その後得られたろ液を用い、炎光分析、原子吸光分析法又は誘導結合プラズマ発光分析法によりそのカリウム含量を測定した値をａmg/ℓ とし試料の水分をｗ%とすれば、次式によって粉砕検体中のカリウム量(mg/kg)が求められる。

カリウム(mg/kg/dry) = a×50/検体採取重量(g)×(100/(100-w))

102-16　吸　水　性

あらかじめ精ひょうした浸漬管に検体 10 g を精ひょうし、15℃の水 60～100 mℓ に浸漬

し、15℃で20分及び120分放置後、直ちに浸漬管ごと遠心分離器を用いてRCF×t= 2,500～3,000 gt(1,500 rpm 以上にする。)の条件で付着した水分を遠心分離した後直ちに精ひょうする。20分及び120分吸水率(%)は次式によって求められる。

吸水率(%) = (a-b)/b×100

a:遠心分離後の検体重量(g)

b: 検体採取重量(g)

(注) 1 RCFは遠心力(g)であり、tは回転時間(分)である。

2 遠心分離器、ローター、RCF×tを付記する。

3 RCF(遠心力)は次式によって計算する。

$$RCF(g) = 1.118 \times R \times 10^{-5} \times N^{2}$$

ただし、Rは回転半径(cm)、Nは回転数(rpm)とする。

102-17 蒸米吸水率

検体10 gを金網かごに入れ、掌に軽く打ちつけぬかを除く。

金網かごに入れたまま、15℃で15～20時間、十分に浸漬する。

金網かごに入れたまま、遠心機によりRCF×t = 500 gtで脱水する。

脱水後、かごのまま甑を用いて45分間蒸きょうする。

甑からかごのまま蒸米を取り出し、風のないところで軽く手を入れ荒息を抜いた後、25℃まで放冷し、直ちにかごから蒸米を取り出し、二重にしたチャック付きポリ袋に密封した状態で、15℃で放置する。

蒸上がりから通算して、3 時間後に蒸米吸水率を測定する。蒸米吸水率は次式によって求められる。

$$蒸米吸水率(\%) = \frac{蒸米重量(g) - 白米重量(g)}{白米重量(g)} \times 100$$

102-18 消 化 性

102-18-1 試薬

M/10コハク酸緩衝液

A液 (M/10コハク酸溶液)

コハク酸11.8 gを水に溶かして1 ℓとする。

B液 (M/10コハク酸ナトリウム溶液)

コハク酸ナトリウム($Na_2C_4H_4O_4 \cdot 6H_2O$)27.0 gを水に溶かして1 ℓとする。

A液及びB液を混ぜてpH 4.3に調整する。

酵素緩衝液

M/10コハク酸緩衝液にα-アミラーゼを60単位/mℓになるように溶解する。(この場合プロテアーゼ力価として3,000単位/mℓ以上を含んでいること。)

トルエン

102-18-2 試験操作

102-17 の蒸米全量を、50 mℓの酵素緩衝液に投入する。防腐剤として 0.5 mℓのトルエンを加え、10 秒間激しく振盪した後、15℃で 24 時間静置して消化を行う。消化液をろ過(もしくは遠心)してろ液を得、ろ液について Brix 度及びフォルモール態窒素を測定する。

なお、酵素緩衝液のみを同様に処理し、その値をブランク値として求め、検体の値からその値を差し引く。

(注) 1　Brix 度は、あらかじめ食塩水などにより補正した手持ち屈折計(プリズム式、測定範囲 0～20%、0.1 度目盛り)を用いる。液の温度を測定し、温度補正表により 20℃の値に換算する。

2　フォルモール態窒素は、3-6 の pH 計による方法に準じて測定するが、pH 8.0 をもって中和点とする。